

1. Китаев Ю.П., Бузыкин Б.И. Гидразоны. М.: Наука, 1974. 415с.
*Работа выполнена при финансовой поддержке Федерального
агентства по образованию РФ на 2011-2013 гг., проект № 1.3.09.*

СИНТЕЗ ДИГИДРОПЕРОКСИДА 3,3'-ДИОКСИБИС(2,6,6- ТРИМЕТИЛБИЦИКЛО[3.1.1]ГЕПТАНА

Мажаяев Е.В., Стулин В.В., Логинов Н.П.

Самарский государственный технический университет
443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, д. 244

В связи с постоянным ростом производства синтетических каучуков (СК) и эпоксидных смол (ЭС) роль гидропероксидных соединений, являющихся инициаторами отверждения, с каждым годом возрастает. В настоящее время на российском рынке представлены только 4 вида гидропероксидов: кумола, пинана, метилэтилкетона, циклогексанона. Причём первый из них теряет свои позиции по показателям качества готового продукта. Получение нового инициатора отверждения СК и ЭС, который бы отвечал всё ужесточающимся требованиям потребителей к качеству готового продукта – является целью наших исследований.

В настоящем сообщении рассматривается способ получения дигидропероксида 3,3'-диоксибис(2,6,6-триметилбицикло[3.1.1]гептана (ДДТГ) из 2,6,6-триметилбицикло[3.1.1]гептан-3-она (ТМБГ) и пероксида водорода с использованием в качестве катализатора серной кислоты.

ТМБГ получают окислением пинана кислородом воздуха. ДДТГ получают только при избытке пероксида водорода по сравнению со стехиометрически необходимым, при этом по результатам хроматографического анализа, порядок смешения реагентов в процессе получения ДДТГ на ход синтеза не влияет.

Отработка способа получения ДДТГ с использованием каталитического количества серной кислоты проводилась на лабораторной установке в статическом режиме. Основным побочным продуктом является 3-[(3-гидроперокси-2,6,6-триметилбицикло[3.1.1]-гепт-3-ил)перокси]-2,6,6-триметилбицикло[3.1.1]гептан-3-ол (МДТГ).

Главными факторами, влияющими на выход и состав ДДТГ являются: соотношение пероксида водорода и ДДТГ, концентрация исходного пероксида водорода, температура процесса.

Нами поставлена экстремальная задача по определению оптимального условия получения максимума выхода ДДТГ. Применена методология ротатбельного унифор-планирования второго порядка.

Был реализован полный фактический эксперимент, а затем план второго порядка. Получено уравнение регрессии, адекватно описывающее эксперимент.

Изучено влияние соотношения пероксида водорода и ДДТГ, концентрации пероксида водорода, температуры на выход и состав продукта.

В интервале температур 0-5°C получен ДДТГ с наименьшим количеством примеси МДТГ.

По результатам опытов найдены оптимальные параметры, при которых получен пероксид с выходом 86%, содержанием основного вещества – 95%, содержанием активного кислорода – 12,8%.

РЕАКЦИИ 6-(ТРИФТОРМЕТИЛ)КОМАНОВОЙ КИСЛОТЫ И ЕЕ ЭТИЛОВОГО ЭФИРА С АРОМАТИЧЕСКИМИ АМИНАМИ

Макаруку М., Обыденнов Д.Л., Усачев Б.И.

Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Ранее [1] в нашей лаборатории был разработан удобный метод синтеза 6-(трифторметил)комановой кислоты **1a** и ее этилового эфира **1b**, которые показали себя как ценные субстраты в синтезе разнообразных гетероциклических соединений [2].

Оказалось, что производные 6-(трифторметил)комановой кислоты **1a,b** легко реагируют с анилином и *o*-аминофенолом в присутствии сильных кислот с образованием *N*-фенилпиридонов **2a-d**, аналогичная реакция с *o*-фенилендиамином (*o*-ФДА) давала производные диазепина **4a,b**.

Взаимодействие 6-(трифторметил)комановой кислоты **1a** с 2-замещенными анилинам без добавления сильной кислоты происходило по другому направлению: реакция **1a** с *o*-аминофенолом и *o*-ФДА в кипящем этаноле приводила к производным бензоксазинона **3** и (бензо[*b*][1,4]диазепин-2(5*H*)-илиден)метилхиноксалин-2(1*H*)-она **5** соответственно.